

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/019080

International filing date: 21 December 2004 (21.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-427465
Filing date: 24 December 2003 (24.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 27 January 2005 (27.01.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

27.12.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 2 月 2 4 日
Date of Application:

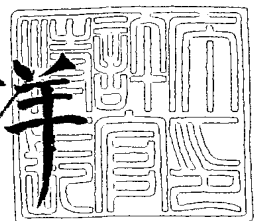
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 4 2 7 4 6 5
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 4 2 7 4 6 5]

出 願 人 三 浦 工 業 株 式 会 社
Applicant(s): 京 都 電 子 工 業 株 式 会 社

2 0 0 4 年 1 2 月 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



【書類名】 特許願
【整理番号】 P20030239
【提出日】 平成15年12月24日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 G05B 1/00
【発明者】
 【住所又は居所】 愛媛県松山市堀江町 7 番地 三浦工業株式会社内
 【氏名】 本田 克久
【発明者】
 【住所又は居所】 愛媛県松山市堀江町 7 番地 三浦工業株式会社内
 【氏名】 濱田 典明
【発明者】
 【住所又は居所】 京都市南区吉祥院新田二ノ段町 6 8 京都電子工業株式会社内
 【氏名】 岸野 淳
【発明者】
 【住所又は居所】 京都市南区吉祥院新田二ノ段町 6 8 京都電子工業株式会社内
 【氏名】 澤田石 一之
【特許出願人】
 【識別番号】 000175272
 【氏名又は名称】 三浦工業株式会社
【特許出願人】
 【識別番号】 000161932
 【氏名又は名称】 京都電子工業株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100083172
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 福井 豊明
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 009483
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 9717687

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

被測定物を含む試料液を含浸させる試料保持材が載置されているリザーバと、
上記被測定物を吸着させる吸着カラムと、
上記リザーバの排出側と上記吸着カラムの流入側を連通する分岐管と、
上記分岐管により分岐された回収管と回収容器を備えたことを特徴とする被測定物回収機構。

【請求項 2】

さらに、
上記被測定物の溶剤が流入される上記リザーバの流入側を開閉する 2 方弁と、
上記溶剤の排出と、上記吸着カラムに吸着した被測定物を回収するための溶離液の供給とを切り替える上記吸着カラムの排出側に設けられた 3 方弁と、
上記回収管に設けられた回収容器と、
上記回収容器と連通した通気孔と、
当該通気孔を開閉する弁を備えた請求項 1 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 3】

上記リザーバは、上記試料液を予備精製するフィルタを備えた請求項 1 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 4】

上記分岐管は、上記分岐された他の部位に比べて径の太いバッファを備え、
上記回収管が上記分岐管の内部に突出して、上記吸着カラムの方向に開口した請求項 2 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 5】

上記回収容器は、容積を可変するシリンジを備えた請求項 2 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 6】

上記吸着カラムを乾燥させるガスが充填されたガス容器と、
上記吸着カラムに上記ガスを供給するガス供給管と、
上記ガス供給管と上記回収容器を連通又は遮断する弁を備えた請求項 2 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 7】

上記リザーバの流入側を開閉する 2 方弁と、上記吸着カラムの排出側に設けられた 3 方弁と、上記通気孔を開閉する弁を作動させて、上記リザーバの流入側の開と、上記溶剤を排出する溶剤排出管と上記吸着カラムを連通させて行う上記溶剤の排出側への切り替えと、
上記通気孔の閉とを行う第 1 の弁制御手段と、

上記第 1 の弁制御手段が弁を作動させると、上記リザーバに上記溶剤を流し込む第 1 の送液制御手段と、

上記第 1 の送液制御手段により溶剤を流し込むと、上記リザーバの流入側を開閉する 2 方弁と、上記吸着カラムの排出側に設けられた 3 方弁と、上記通気孔を開閉する弁を作動させて、上記リザーバの流入側の閉と、溶離液を供給する溶離液供給管と上記吸着カラムを連通させて行う溶離液の供給側への 3 方弁の切り替えと、上記通気孔の開とを行う第 2 の弁制御手段と、

上記第 2 の弁制御手段が弁を作動させると、上記溶離液供給管から上記溶離液を上記吸着カラムに流し込む第 2 の送液制御手段とを備えた請求項 2 に記載の被測定物回収機構。

【請求項 8】

被測定物を含む試料液を保持するリザーバの流入側の開と、上記被測定物を吸着する吸着カラムの流出側と溶剤を排出する溶剤排出管の連通と、上記リザーバと上記吸着カラムを連通する分岐管から分岐された回収管に設けられた回収容器と連通された通気孔を開とする工程と、

上記リザーバの流入側から溶剤を流し込む工程と、

上記リザーバの流入側の閉と、上記吸着カラムの流出側と上記吸着カラムに吸着された

上記被測定物を回収する溶離液を供給する溶離液供給管の連通と、上記通気孔を開とする工程と、

上記溶離液供給管から上記吸着カラムに溶離液を流し込む工程からなることを特徴とする被測定物回収方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】被測定物回収機構及び被測定物回収方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、試料液に含まれる被測定物を回収する被測定物回収機構、及び被測定物の回収方法に関する。

【背景技術】

【0002】

廃棄物焼却施設、金属精練施設等から発生する排気ガスには、ダイオキシン等の有害物質が含まれている。近年、排気ガスに含まれるダイオキシンの量を容易且つ正確に測定することができる手法の確立が急がれている。

【0003】

排気ガスに含まれるダイオキシンの量を測定する方法として、日本工業規格で定められた「JIS K 0311」を利用することができる。「JIS K 0311」が提示する方法では、ダイオキシンは、排気ガスに含まれた様々な物質と共に溶解させる溶剤と吸着材を用いて採取され、排気ガスに含まれた様々な物質と共に抽出される。そのため、ダイオキシンの量を測定するためには、溶剤に溶解している他の物質からダイオキシンのみを回収し測定する必要がある。その回収方法の一般的なものとして、図13に示す被測定物回収機構600を用いる方法がある。

【0004】

この被測定物回収機構600は、排気ガスを溶解した溶剤を含浸させた試料を載置するリザーバ601と、このリザーバ601と吸着カラム603とで構成されている。リザーバ601には、試料保持材を載置する載置部の他に試料保持材に含浸された溶剤に溶解したダイオキシン以外の物質を捕捉するシリカゲル等のフィルタが備えられ、吸着カラム603には、ダイオキシンのみを吸着させる活性炭やアルミナ等の吸着剤が備えられている。

【0005】

被測定物回収機構600を利用してダイオキシンの回収を行う場合、まず、使用者は、リザーバ601に試料を載置して、リザーバ601の上面から溶剤を被測定物回収機構600内に流し込む。流し込まれた溶剤は、リザーバ601からダイオキシンを含むいくつかの物質をフィルタを通じて溶出し、上記吸着カラム603の吸着剤にダイオキシンのみを吸着させて、吸着カラム603の下面から被測定物回収機構600の外へ流れ出る。

【0006】

溶剤を流し終わると、使用者は、図14に示すように被測定物回収機構600から吸着カラム603を取り外して、吸着カラム603の上下を逆にし、吸着カラム603の上面から溶離液を吸着カラム603に流し込む。吸着カラム603に流し込まれた溶離液は、吸着剤に吸着されたダイオキシンを溶解しながら吸着カラム603の下面から流れ出る。

【0007】

このように流れ出た溶離液を回収することで、ダイオキシンのみが溶解した溶離液を回収することができる。

【0008】

また、吸着カラム603の上下を逆にしたり、溶剤を流し込んだりする等の使用者の手間を必要とせずにダイオキシンのみが溶解した溶剤を回収することができる被測定物回収装置が提案されている。この被測定物回収装置は、図15に示すように、図13に示す被測定物回収機構600のリザーバ601と吸着カラム603をチューブ602で連結し、チューブ602の中間部分から分岐された回収管605を具備した回収機構801を備える。この回収機構801のチューブ602と回収管605が分岐される部分に、リザーバ601と吸着カラム603の連通と吸着カラム603と回収管605の連通を切り替える3方弁606が設けられている。

【0009】

被測定物回収装置に設けられたスタートキーが押下されると、被測定物回収装置は、弁606を用いて、リザーバ601と吸着カラム603を連通させる。リザーバ601と吸着カラム603を連通させると、被測定物回収装置は、リザーバ601の上面から溶剤を回収機構801内に流し込む。流し込まれた溶剤は、被測定物回収機構600に流し込まれた時と同様に、リザーバ601からダイオキシンを含むいくつかの物質をフィルタを通じて溶出し、吸着カラム603を通過する際に、吸着カラム603の吸着剤にダイオキシンを吸着させて、回収機構801から流れ出る。

【0010】

溶剤を流し込むと、被測定物回収装置は、3方弁606を切り替えて、吸着カラム603と回収管605を連通させる。3方弁606を切り替えると、吸着カラム603の下面から溶離液を流し込む。溶離液は、吸着カラム603に回収されたダイオキシンを溶解し、チューブ602、回収管605を通過して、回収管605の先端に設けられた回収容器607に流れ込む。

【0011】

よって、被測定物回収装置を用いると、使用者は、試料をリザーバ601に載置して、スタートキーを押下するだけで、ダイオキシンのみが溶解した溶離液を回収することができる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

しかし、図15に示す被測定物回収装置を用いてダイオキシンの回収処理をすると、ダイオキシンが溶解した溶剤や溶離液が3方弁606を通過する際に、溶剤や溶離液に溶解したダイオキシンが3方弁606に付着して試料残留が発生するので、ダイオキシんで3方弁606が汚染されてしまう。そのために、回収処理を行う度に3方弁606の洗浄が必要となる。

【0013】

また、3方弁606で試料残留が発生するために、試料保持材に含まれるダイオキシンの回収率が低くなり、洗浄不足等による次試料へのコンタミネーションが起こる。

【0014】

そこで、本発明は、弁の洗浄を必要とせず、ダイオキシン等の被測定物の回収率の高い被測定物回収機構を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0015】

本発明の被測定物回収機構は、被測定物が弁に付着しないように、被測定物が溶解した試料液が含浸された試料保持材が載置されるリザーバと、被測定物を吸着させる吸着カラムと、被測定物を回収する回収容器とのそれぞれの間に弁が設けられておらず、それぞれが連通されている。リザーバの溶剤の流出側と吸着カラムの溶剤の流入側は中途に分岐のある分岐管で連通されており、回収容器は、上記分岐で上記分岐管に接続された回収管を介して上記分岐管と連通されて設けられている。

【0016】

上記リザーバの溶剤の流入側は、この流入側を開閉する2方弁が設けられている。また、吸着カラムの溶剤の流出側には、溶剤を排出する溶剤排出管とこの吸着カラムの連通と、被測定物を回収容器に回収する溶離液を供給する溶離液供給管とこの吸着カラムの連通を切り替える3方弁が設けられている。さらに、回収容器は、3方弁で開閉される通気孔と連通されている。

【0017】

本発明の被測定物回収機構を用いて被測定物を回収するには、まず、リザーバに載置された試料保持材へ試料液を含浸させる。そして、上記リザーバの流入側を開閉する2方弁でリザーバの流入側の開と、上記吸着カラムの排出側の3方弁で上記吸着カラムと溶剤排出管の連通と、上記通気孔を開閉する弁で通気孔の閉を行う。そして、上記リザーバ側の

弁からリザーバへ溶剤を流し込む。

【0018】

流し込まれた溶剤は、リザーバに載置された試料保持材から試料液に含まれる被測定物を含むいくつかの物質を溶解しながら上記リザーバの流出側から吸着カラムへと流れる。通気孔が閉であるために、被測定物等を溶解した溶剤は、回収管に流れずに、吸着カラムに流れる。

【0019】

被測定物を溶解した溶剤は、吸着カラムを通過する際に、吸着カラムに備えられた吸着剤に被測定物のみを吸着させて、溶剤排出管を通して被測定物回収装置の外へ流れ出る。

【0020】

溶剤を流し終えると、リザーバの流入側を開閉する 2 方弁でリザーバの流入側の閉と、吸着カラムの流出側の 3 方弁で上記吸着カラムと溶離液供給管の連通と、上記通気孔を開閉する弁で通気孔の開を行う。そして、溶離液供給管から吸着カラムに溶離液を流し込む。

【0021】

流し込まれた溶離液は、吸着カラムに吸着された被測定物を溶解する。溶離液の流し込みの際には、リザーバの流入側が閉となっているので、被測定物を溶解した溶離液は、吸着カラムと回収管を通して、回収容器に流れ込む。よって、被測定物のみが溶け込んだ溶離液が回収容器に回収される。

【0022】

溶剤の流し込みの際に、回収管に溶剤が流れることを確実に防止するために、回収容器の内部にシリンジを設け、溶剤を流す前にシリンジを作動させて回収容器の容積を 0 にするようにしてもよい。溶剤の流し込みの際に回収容器の容積を 0 にした場合、2 回目の流し込みを行う前に、回収容器の容積を溶離液が回収できる大きさにしておく。

【0023】

吸着カラムには吸着剤が備えられているため、吸着カラムでの溶剤の流れが分岐管での流れに比べて悪い場合、溶剤が回収管に流れてしまう。これを防ぐために、分岐管に他の部位に比べて径の太いバッファを設けて、溶剤が回収管に流れ込むことを防いでもよい。

【0024】

被測定物回収機構に設けられる 2 方弁、3 方弁は、例えば電磁弁などを用いることができる。

【発明の効果】

【0025】

被測定物は、リザーバに載置された試料保持材へ試料液を含浸させてから回収容器に回収されるまで何れの弁も通過しないので、本発明の被測定物回収機構は、被測定物質の高い回収率を実現することができる共に、回収作業を行う度に弁を洗浄する必要がなく 2 次汚染が無い。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

図 1 は、本実施の形態の被測定物回収機構 100 の外観図を示す。被測定物回収機構 100 は、被測定物が溶解した試料液が含浸される試料保持材を載置したガラス製のリザーバ A を備える。リザーバ A は、上部がヒータ F で覆われ、下部がリザーバ A と外部を断熱するヒータジャケット G で覆われている。リザーバ A の内部には、図 2 に示すように、アルミナ等の試料保持材が載置された載置部 A a が上部に設けられ、多層シリカ層から構成されるフィルタ A b が下部に設けられている。

【0027】

リザーバ A の下部は、分岐管 B を介してガラス製の吸着カラム C の上部と連通されている。この分岐管 B には、ポリテトラフルオロエチレン等のフッ素樹脂継手等を用いることができる。吸着カラム C の外部は、ヒータ H で覆われている。吸着カラム C の内部は、被測定物を吸着することのできるアルミナや活性炭等の吸着剤が載置されている。

【0028】

リザーバAの上部は、フッ素樹脂のチューブで形成された第1の溶剤供給管L1の一端と連通されており、この第1の溶剤供給管L1の他端は、フッ素樹脂のチューブで形成された第2の溶剤供給管L7と接続されている。第1の溶剤供給管L1と第2の溶剤供給管L7が接続されている部位には、第1の溶剤供給管と第2の溶剤供給管L7の連通と遮断を行う2方弁Xが備えられている。2方弁Xが開くことで、第2の溶剤供給管L7から供給される溶剤が、第1の溶剤供給管L1を通過してリザーバAの流入側となるリザーバAの上部からリザーバAに流れ込むことが可能となる。

【0029】

また、吸着カラムCの下部は、フッ素樹脂のチューブで形成された共通管L9の一端が連通されている。この共通管L9の他端は、フッ素樹脂のチューブで形成された溶離液供給管L4と溶剤排出管L5が接続されている。共通管L9と溶離液供給管L4と溶剤排出管L5が接続されている部位には、3方弁Yが備えられている。3方弁Yを切り替えることで、2つの管L4、L5の一方を共通管L9を介して吸着カラムCに連通させることができる。

【0030】

リザーバAと吸着カラムCを連通する分岐管Bは、中途に分岐があり、この分岐でフッ素樹脂のチューブで形成された回収管L2と連通されている。この回収管L2の末端には、回収容器Dと連通されている。

【0031】

さらに、回収容器Dは、フッ素樹脂のチューブで形成された排出管L3の一端が連通され、排出管L3は、他端に3方弁Zを備える。排出管L3の他端は、一端が窒素ガスの充填されたガス容器Eに連通されたフッ素樹脂のチューブで形成されたガス供給管L6の他端と、通気孔EXを備える通気管L8の一端が接続されている。3方弁Zを作動させることで、2つの管L6、L8と排出管L3を遮断したり、2つの管L6、L8のうち一方を排出管L3と連通させることができる。排出管L3と通気管L8を連通させることで、上記回収容器Dと通気孔EXが連通される。

【0032】

さらに、被測定物回収機構100は、2方弁X、3方弁Y、Zの制御及び、上記溶離液供給管L4から吸着カラムCへの溶離液の供給と、第2の溶剤供給管L7からリザーバAへの溶剤の供給を制御する図3の制御部300を備える。

【0033】

なお、図1では、排気管L3、ガス供給管L6、通気管L8は、それぞれが同じ場所で接続されているが、異なる場所で接続されていてもよい。この場合、2つの管L6、L8と排気管L3の遮断、排気管L3とガス供給管L6の連通、排気管L3と通気管L8の連通を切り替えができるように2方弁等をこれらの管L3、L6、L8に配置することが必要である。

【0034】

また、後述するようにガス供給管L6とガス容器Eが必要ない場合は、3方弁Zの代りに2方弁を用いてもよい。

【0035】

廃棄物焼却施設や金属精練施設等から発生する排気ガスに含まれるダイオキシンの量を測定するために、以上のように構成された被測定物回収機構100を用いて排気ガスに含まれるダイオキシンを回収する場合について説明する。

【0036】

まず、使用者は、「JIS K 0311」に規定された方法に基づいて、排気ガスを溶剤と吸着材を用いて採取する。具体的には、使用者は、水、ジエチレングリコール等の溶剤内に排気ガスを送り込んで溶剤に溶解させて排気ガスを採取すると共に、吸着材であるXAD樹脂等も使用して排気ガスを採取する。続いて使用者は、排気ガスを溶解した溶剤に対しては液液転溶操作を、XAD樹脂吸着材からはソックスレー抽出を行って、排気

ガスに含まれた物質が溶解した所定量のトルエンからなる粗抽出液を生成する。使用者は、生成した粗抽出液から所定量をナス型フラスコ等の容器に分取して、分取した粗抽出液のトルエンをエバポレータ等で蒸発させて濃縮する。使用者は、濃縮した粗抽出液に所定量のヘキサンを加えて試料液を生成する。

【0037】

試料液を生成すると、使用者は、作成した試料液をリザーバAに載置された試料保持材に含浸させる（図4、S401）。試料を試料保持材に含浸させると、使用者は、被測定物回収機構100に設けられたスタートキー（図示しない）を押下する。スタートキーが押下された旨は、図3に示す被測定回収機構100に設けられた第1の弁制御手段301と第1の送液制御手段302に通知される。スタートキーが押下された旨が通知されると、図5に示すように、第1の弁制御手段301は、2方弁Xを開き、3方弁Yで共通管L9と溶剤排出管L5を連通させ、3方弁Zで排出管L3をガス供給管L6と通気管L8から遮断する。図5及び後述する図6、図7は、先端が他の管L1～L9と連通されている先端を白三角で表し、他の管L1～L9と遮断されている管L1～L9の先端を黒三角で表している。

【0038】

第1の弁制御手段301は、弁X、Y、Zを作動させると、その旨を第1の送液制御手段302に通知する。

【0039】

一方、第1の送液制御手段302は、スタートキーが押下された旨が通知されると、ヒータFでリザーバAを60℃に加熱して、それ以後リザーバAを60℃に保持する（図4、S402）。第1の弁制御手段301から弁を作動した旨が通知され、且つリザーバAが60℃になると、第1の送液制御手段302は、第2の溶剤供給管L7から溶剤として、例えば60mlのヘキサンを毎分2.5mlでリザーバAに流し込む（図4、S403）。

【0040】

リザーバAに送液されたヘキサンは、上記載置部Aaを通過する際に、上記試料保持材に含浸されたダイオキシン及びその他の物質を溶出しながら多層シリカ層Abで予備精製されて、リザーバAの下方から分岐管Bに向かって流れる。この予備精製にて、溶剤に溶解したダイオキシン以外の物質のうち所定の物質が、多層シリカ層に捕獲される。

【0041】

ヘキサンを流し込む際には、図5に示すように3方弁Zで排出管L3がガス供給管L6及び通気管L8と遮断されているために、ヘキサンが分岐管Bから回収管L2に流れなくなっている。そのため、リザーバAを通過したヘキサンは、吸着カラムCを通過して、溶剤排出管L5に排出される。吸着カラムCには、ダイオキシンのみが吸着する吸着剤が備えられているので、溶剤が吸着カラムCを通過する際に、ダイオキシンが吸着剤に吸着される。

【0042】

ヘキサン60mlを流し込むと、上記第1の送液制御手段302は、ヘキサンを流し込んだ旨をガス供給手段310に通知する。ヘキサンが流し込まれた旨が通知されると、ガス供給手段310は、図6に示すように、2方弁Xを閉じ、3方弁Yを動かさずに、3方弁Zで排出管L3とガス供給管L6を連通させる（図4、S404）。ガス供給手段310は、弁X、Y、Zを作動させると、ガス容器Eに充填されている窒素をコンプレッサーなどでガス供給管L6に送風する（図4、S405）。

【0043】

窒素が送風される際には、図6に示すように2方弁Xが閉じられているので、窒素は、排出管L3、回収容器D、回収管L2、分岐管B、吸着カラムC、共通管L9を通して溶剤排出管L5に流れる。

【0044】

上記ガス供給手段310は、吸着カラムCの吸着剤が乾燥する程度の時間窒素を送風す

ると、第 2 の弁制御手段 3 0 3 と第 2 の送液制御手段 3 0 4 に吸着カラム C が乾燥した旨を通知する。

【0 0 4 5】

吸着カラム C が乾燥した旨が通知されると、第 2 の弁制御手段 3 0 3 は、図 7 に示すように、2 方弁 X を閉じたままにし、3 方弁 Y で共通管 L 9 と溶離液供給管 L 4 を連通させ、3 方弁 Z で排出管 L 3 と通気管 L 8 を連通させる。上記第 2 の弁制御手段 3 0 3 は、弁 X、Y、Z を作動させると、その旨を第 2 の送液制御手段 3 0 4 に通知する。

【0 0 4 6】

第 2 の送液制御手段 3 0 4 は、吸着カラム C が乾燥した旨が通知されると、ヒータ H を用いて吸着カラム C を 6 0℃ に加熱して、それ以後吸着カラム C を 6 0℃ で保持する（図 4、S 4 0 6）。第 2 の送液制御手段 3 0 4 は、第 2 の弁制御手段 3 0 3 から弁を作動した旨が通知され、吸着カラム C を 6 0℃ に加熱すると、溶離液（トルエンやジメチルスルホキシドなど）2. 5 m l を毎分 1. 2 5 m l で溶離液供給管 L 4 から吸着カラム C に流し込む（図 4、S 4 0 7）。本実施の形態では、溶離液供給管 L 4 は、吸着カラム C の最下部と接続されているので、上記第 2 の送液制御手段 3 0 4 は、ポンプ P を用いて溶離液を吸着カラム C に流し込む。

【0 0 4 7】

溶離液が流し込まれている時は、図 7 に示すように、2 方弁 X が閉じられており、排出管 L 3 と通気管 L 8 が連通しているため、溶離液は、共通管 L 9、吸着カラム C、分岐管 B、回収管 L 2 を通って、回収容器 D に流れ込む。溶離液は、吸着カラム C を通過する際に、吸着剤に吸着したダイオキシンを溶解するので、回収容器 D にダイオキシンが溶解した溶離液が回収される。

【0 0 4 8】

第 2 の送液制御手段 3 0 4 は、溶離液 2. 5 m l を流し込むと、後処理手段 3 0 5 にその旨を通知する。

【0 0 4 9】

溶離液が流し込まれた旨が通知されると、後処理手段 3 0 5 は、図 6 に示す状態に各弁 X、Y、Z の状態を戻す（図 4、S 4 0 8）。後処理手段 3 0 5 は、弁を制御させると、コンプレッサー等を用いて、ガス容器 E から窒素を送風する。このとき、図 6 に示すように、2 方弁 X が閉じられ、3 方弁 Y で共通管 L 9 と溶剤排出管 L 5 が連通され、弁 Z で窒素供給管 L 6 と排出管 L 3 が連通されているため、窒素は、排出管 L 3、回収容器 D、回収管 L 2、分岐管 B、吸着カラム C、共通管 L 9 を通って、溶剤排出管 L 5 に排出される。

。

【0 0 5 0】

後処理手段 3 0 5 が行う弁の切り替え及び窒素の送風は、溶離液が 2. 5 m l 流し込まれた直後に行われる。そのため、窒素の送風が開始された時は、回収容器 D に到達せずに回収管 L 2 や吸着カラム C や共通管 L 9 内を流れている溶離液もある。窒素が回収管 L 2 及び吸着カラム C や共通管 L 9 を流れる方向は、溶離液が回収管 L 2、吸着カラム C 及び共通管 L 9 を流れる方向と逆方向であるため、回収容器 D に到達していない溶離液は、全て窒素と共に溶剤排出管 L 5 に排出される。

【0 0 5 1】

このように、溶離液が 2. 5 m l 流し込まれた直後に窒素が送風されると、回収容器 D に回収される溶離液は、2. 5 m l より少ない量、例えば 1 m l となる。しかし、例えば、吸着剤に吸着されたダイオキシン全部が、1 m l の溶離液で溶解する場合、最初に流れた 1 m l の溶離液を回収容器 D に回収すれば、吸着剤に吸着したダイオキシンを回収することができるので、残りの 1. 5 m l の溶離液を窒素と共に排出しても問題はない。

【0 0 5 2】

したがって、溶離液を流す量は、流し終えた時に、吸着剤に吸着した全部のダイオキシンを溶解できる量の溶離液が回収容器 D に回収される量であればよい。溶離液を溶離液供給管 L 4 から流し込んだ量と回収容器 D に回収される量の差は、溶離液供給管 L 4 や共通

管 L 9 の長さや、弁 Y から回収容器 D までの距離等で決まる。よって、溶離液を流す量は、これらの長さと距離等に基づいて決定するようにするのが好ましい。

【0053】

また、回収容器 D に回収される溶離液の量を調整する方法として、窒素を用いる方法に代えて、回収容器 D に回収された溶離液の量を計測するセンサを回収容器 D に設け、このセンサが回収されるべき量の溶離液が回収容器 D に回収されたことを計測すると、後処理手段 305 は、第 2 の送液制御手段 304 からの通知を待たずに、弁 X、Y、Z を切り替えて、窒素の送風を行ってもよい。

【0054】

上記のように溶離液を流し込む前に窒素で吸着カラム C を乾燥させている。このような乾燥工程が必要なのは、回収容器 D に回収された溶離液に含まれるダイオキシンの量を測定する装置が、溶離液に溶剤（本実施の形態では、ヘキサン）が混ざっていると、ダイオキシンの量を測定することができない装置である場合のみである。したがって、ダイオキシンの量を測定する装置が、溶離液に溶剤が混ざっていても、溶離液のダイオキシンの量を測定することができる場合は、上記した乾燥工程は必要ない。乾燥工程が必要なく、且つ、計測センサを用いて回収容器 D に回収される溶離液の量を調整する場合、ガス容器 E とガス供給管 L 6 を被測定物回収装置 100 に備える必要ないので、この場合、弁 Z に 2 方弁を用いることができる。

【0055】

図 8 に、本実施の形態に記載した方法で本発明の被測定物回収機構 100 を使用した場合と、現在一般的に用いられる図 13 に示す被測定物回収機構 600 を使用した場合の回収された各ダイオキシンの濃度と、ダイオキシンの濃度に各ダイオキシンの毒性強度を掛けた TEQ (Toxicity Equivalency Quantity) 値を示す。図 8 にて結果が示される両方の実験における試料保持剤に含浸された試料液は同じ量であり、また同じ成分の排気ガスを同じ方法で採取したものである。

【0056】

図 8 から明らかなように、本発明の被測定物回収機構 100 を用いた場合と、図 13 に示す被測定物回収機構 600 を用いた場合の回収された各ダイオキシンの濃度と、TEQ 値はほぼ等しくなっている。

【0057】

図 9 に、本発明の被測定物回収機構 100 と図 13 に示す被測定物回収機構 600 を用いてそれぞれ 3 回回収処理を行った場合の回収された各ダイオキシンの回収量の変動係数を示す。図 9 に示すように、本発明の被測定物回収機構 100 を用いて 3 回回収処理を行った場合の方が変動係数が小さい。したがって、本発明の被測定物回収機構を用いれば、被測定物回収機構 600 に比べて回収量のばらつきが小さく、安定した回収が行える。

【0058】

また、図 10 に本発明の被測定物回収装置 100 を用いて被測定物の回収を行ったときの回収率を示す。この回収率は、試料保持剤に含浸された試料液に含まれるダイオキシンの量で回収容器 D に回収されたダイオキシンの量を割ったものである。図 10 に示すように、各物質とも回収率が非常に高い。

【0059】

よって、本発明の被測定物回収機構は、一般的に使用されている被測定物回収機構 600 に比べて安定した回収を行うことができる。

【0060】

(実施の形態 2)

実施の形態 1 に記載したように吸着カラム C には吸着剤が備えられている。そのため、ステップ S 403 において第 2 の溶剤供給管 L 7 からリザーバ A に流し込まれたヘキサンの流れが吸着カラム C において悪くなる場合がある。そのため、ヘキサンが吸着カラム C を通って溶剤排出管 L 5 に流れずに、回収管 L 2 に流れてしまう場合がある。

【0061】

そこで、図11に示すように、上記分岐管Bの回収管L2が分岐されている部位よりも下方に径が太いバッファBuを設ける。バッファBuを設けることにより、吸着カラムCにおけるヘキサンの流れが悪くても、ヘキサンがバッファBuにたまるので、ヘキサンが回収管L2に流れてしまうことを防ぐことができる。

【0062】

また、吸着カラムCに吸着したダイオキシンを溶解した溶離液を回収管L2に流れ込み易くするために、回収管L2の一端を図11に示すように構成してもよい。即ち、図11に示すように、回収管L2の一端をバッファBuの底面に近い位置まで突出させて、吸着カラムCの方向に開口させるようにしてもよい。

【0063】

(実施の形態3)

ステップS403におけるヘキサンの流し込みの際に、回収管L2にヘキサンが流れ込むことを確実に防止するために、排気管L3と通気管L8を3方弁Zで遮断するだけでなく、図12(a)に示すように、回収容器D内部にシリンジCyを設け、ヘキサンを流す際にシリンジCyで回収容器Dの容積を0にするようにしてもよい。

【0064】

実施の形態1の被測定物回収機構100の回収容器DにシリンジCyが設けられている場合、上記第1の送液制御手段302は、ヘキサンを流し込む直前に図12(b)に示すような状態にシリンジCyを上方に移動させて、シリンジCyで回収管L2の端部を塞ぐようにする。

【0065】

ガス供給手段310は、ステップS405の窒素の送風で窒素を吸着カラムCに送風できるように、ステップS405の窒素の送風の直前に、図12(a)に示すような状態にシリンジCyを戻して、回収管L2を回収容器Dに対して開放する。

【0066】

また、窒素で吸着カラムCを乾燥させる工程がない場合、ガス供給手段310に代えて第2の送液制御手段304がステップS407の溶離液の流し込みの直前に、図12(a)に示すような状態にシリンジCyを戻して、回収管L2を回収容器Dに対して開放する。

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図1】本発明の被測定物回収機構の外観図。

【図2】リザーバの詳細を外観図。

【図3】制御部の機能ブロック図。

【図4】被測定物の回収処理の手順を示すフローチャート。

【図5】被測定物を吸着カラムに吸着させる際の弁の状態を示す図。

【図6】吸着カラムを乾燥させる際と、被測定物を排出した後の溶剤を排出する際の弁の状態を示す図。

【図7】被測定質を回収する際の弁の状態を示す図。

【図8】本発明の被測定物回収機構と一般的に用いられている被測定物回収機構を用いて回収処理を行った時の回収された被測定物の濃度を示す図。

【図9】本発明の被測定物回収機構と一般的に用いられている被測定物回収機構を用いて回収処理を行った時の変動係数を示す図。

【図10】本発明の被測定物回収機構を用いて行った回収処理の回収率を示す図。

【図11】バッファの断面図である。

【図12】シリンジが設けられた回収容器を示す。

【図13】一般的に用いられている被測定物回収機構を示す。

【図14】一般的に用いられている被測定物回収機構を示す。

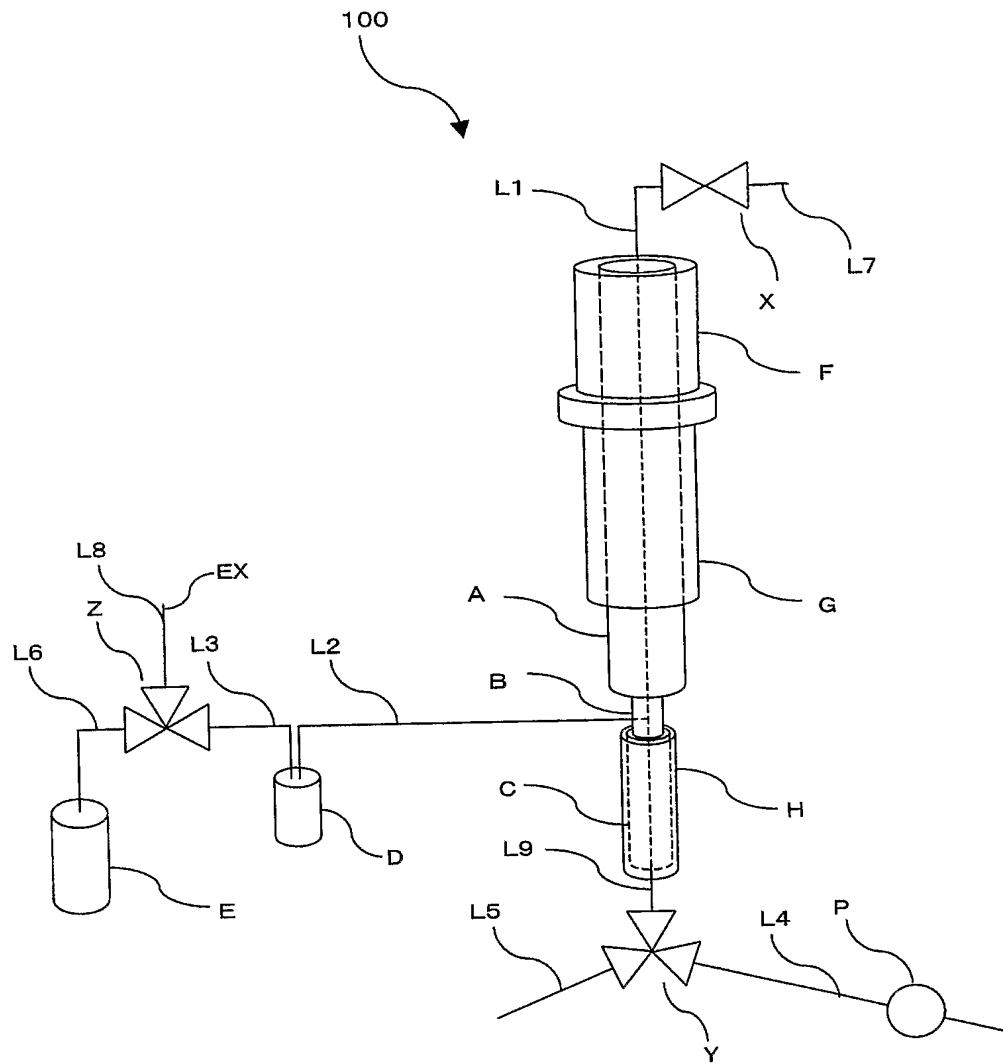
【図15】現在提案されている被測定物回収装置を示す。

【符号の説明】

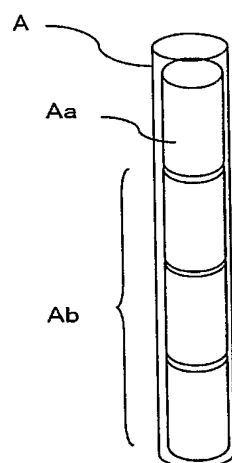
【 0 0 6 8 】

- 1 0 0 被測定物回収機構
- 3 0 1 第 1 の弁制御手段
- 3 0 2 第 1 の送液制御手段
- 3 0 3 第 2 の送液制御手段
- 3 0 4 第 2 の送液制御手段
- A リザーバ
- B 分岐管
- B u バッファ
- C 吸着カラム
- C y シリンジ
- D 回収容器
- E ガス容器
- E x 通気孔
- F、H ヒータ
- G ヒータジャケット
- L 1 第 1 の溶剤供給管
- L 2 回収管
- L 3 排出管
- L 4 溶離液供給管
- L 5 溶剤排出管
- L 6 ガス供給管
- L 7 第 2 の溶剤供給管
- L 8 通気管
- L 9 共通管
- P ポンプ
- X 2 方弁
- Y、Z 3 方弁

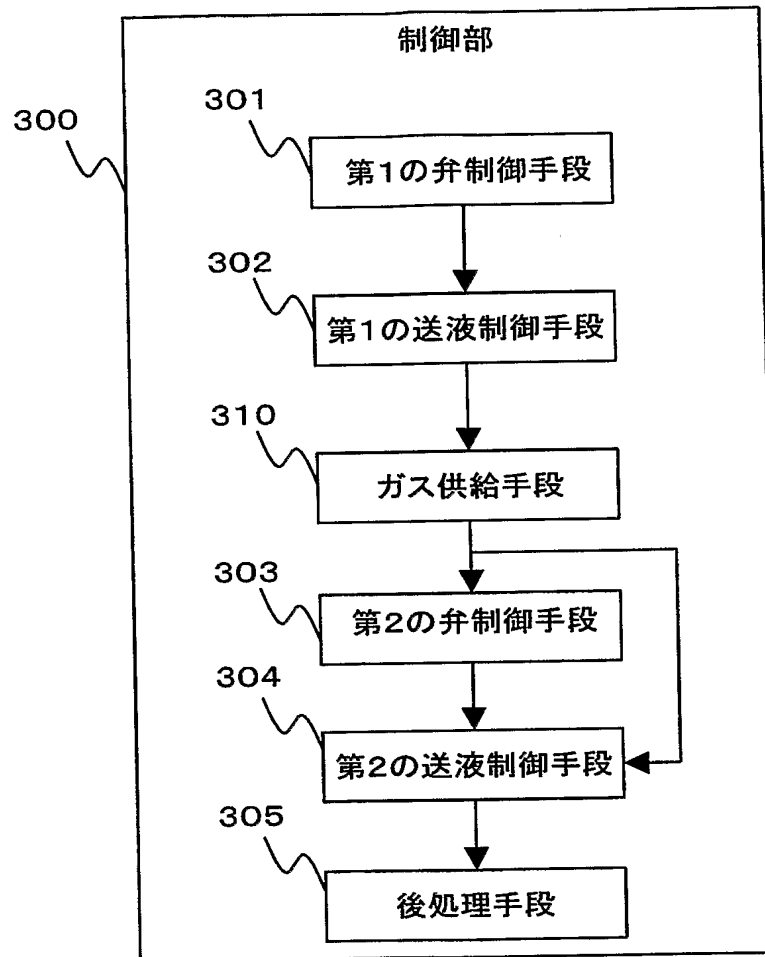
【書類名】 図面
【図 1】



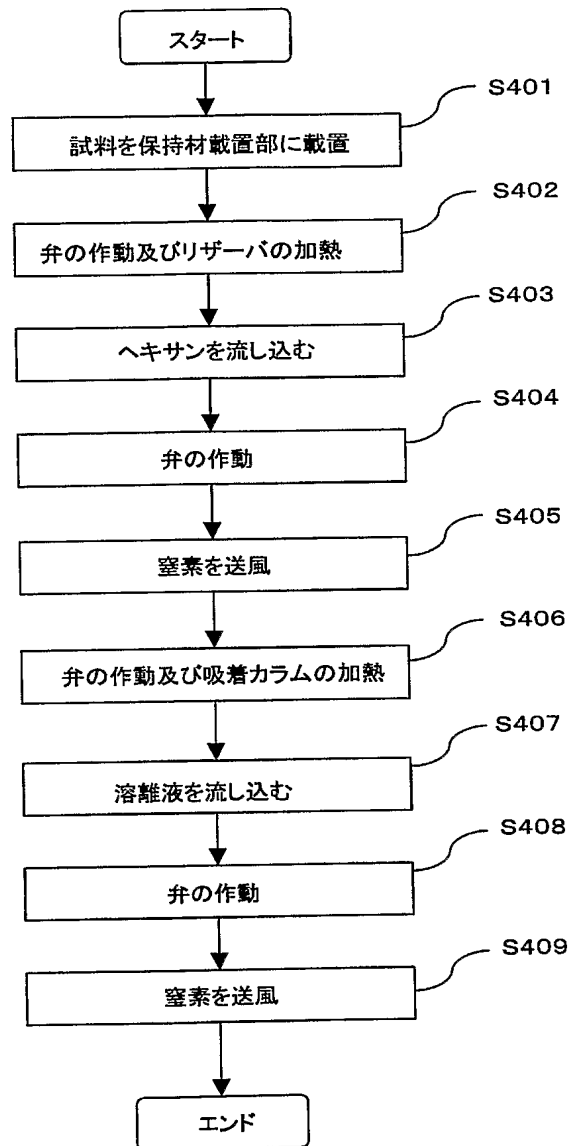
【図 2】



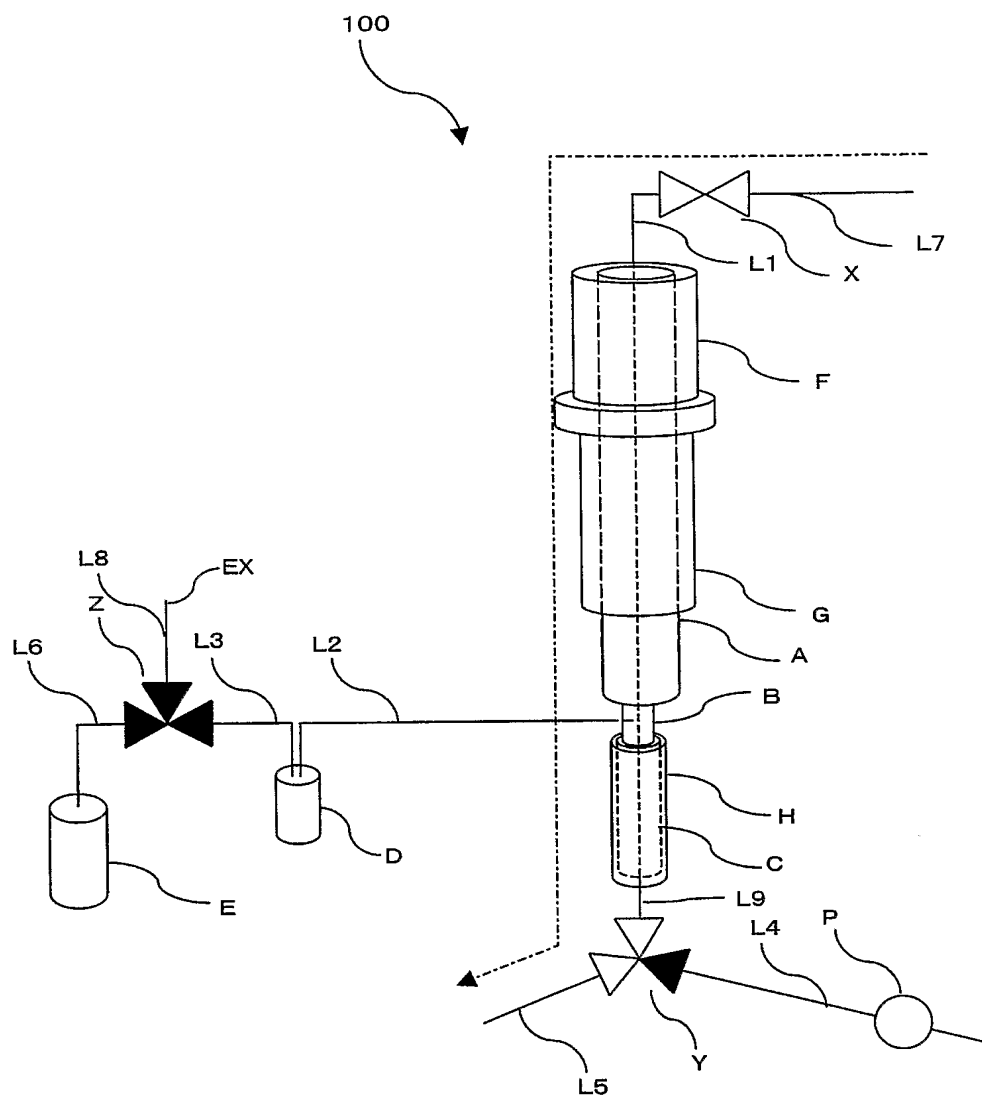
【図 3】



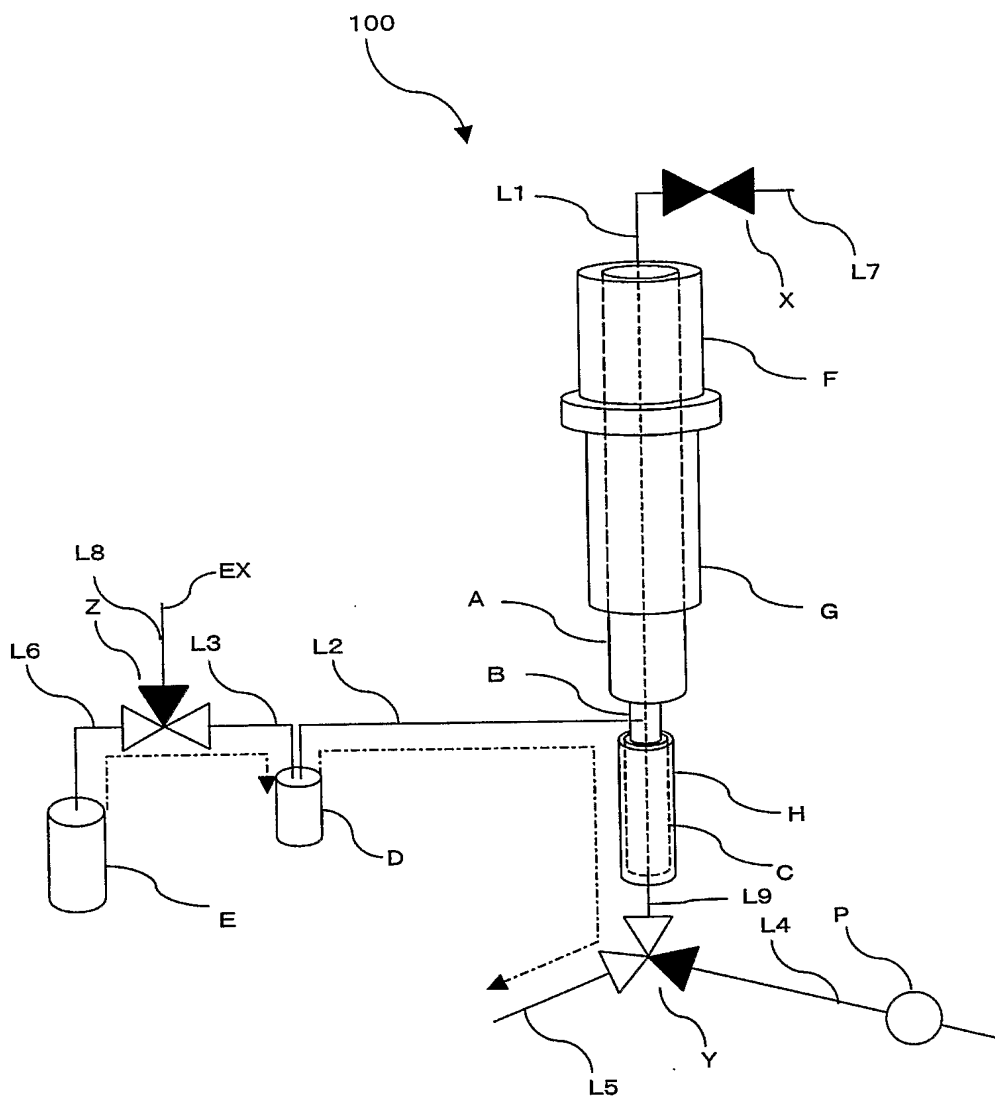
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【図 8】

	一般的に使用されている被測定物回収機構		本発明の被測定物回収機構	
	濃度 (ng/ml)	ng-TEQ/ml	濃度 (ng/ml)	ng-TEQ/ml
2378-TeCDD	0.57	0.57	0.53	0.53
12378-PeCDD	3.4	3.4	3.4	3.4
123478-HxCDD	5.6	0.56	5.6	0.56
123678-HxCDD	10	1	9.6	0.96
123789-HxCDD	10	1	11	1.1
1234678-HpCDD	61	0.61	64	0.64
OCDD	96	0.0096	98	0.0098
2378-TeCDF	2.3	0.23	2.1	0.21
12378-PeCDF	2.6	0.129	2.7	0.13
23478-PeCDF	6.4	3.2	5.8	2.9
123478-HxCDF	5.1	0.51	5.4	0.54
123678-HxCDF	6.9	0.69	6.7	0.67
123789-HxCDF	2.4	0.24	2	0.2
234678-HxCDF	12	1.2	11	1.1
1234678-HpCDF	27	0.27	28	0.28
1234789-HpCDF	4.2	0.042	4.5	0.045
OCDF	16	0.0016	16	0.0016
Total TEQ		13.7		13.3

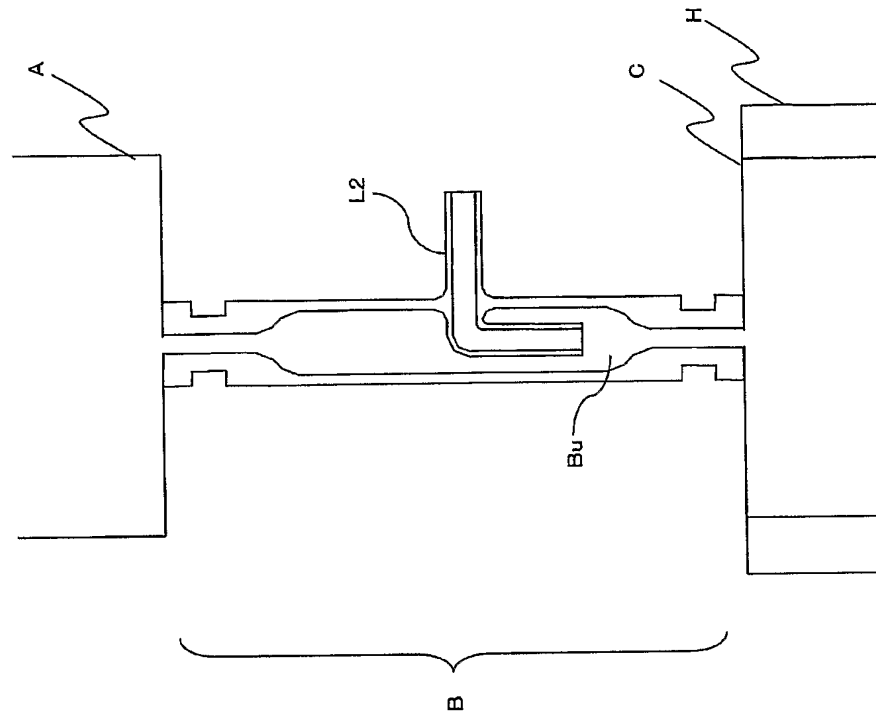
【図 9】

	一般的に使用されている被測定物回収機構	本発明の被測定物回収機構
2378-TeCDD	12	5.7
12378-PeCDD	12	2.7
123478-HxCDD	14	0
123678-HxCDD	13	1.1
123789-HxCDD	17	4.6
1234678-HpCDD	4.9	1.2
OCDD	1.8	0.1
2378-TeCDF	15	0.1
12378-PeCDF	13	2.4
23478-PeCDF	13	5.8
123478-HxCDF	15	3
123678-HxCDF	15	1.6
123789-HxCDF	19	1.1
234678-HxCDF	13	1.1
1234678-HpCDF	6.1	0.2
1234789-HpCDF	6.7	0.2
OCDF	0	0

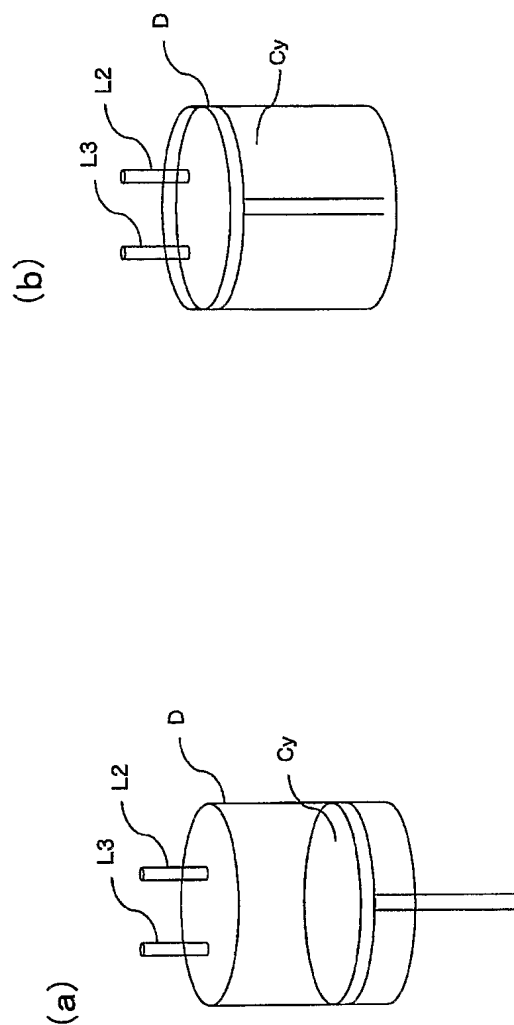
【図 1 0】

	回収率 (%)
2378-TeCDD	93
12378-PeCDD	100
123478-HxCDD	100
123678-HxCDD	96
123789-HxCDD	110
1234678-HpCDD	105
OCDD	102
2378-TeCDF	91
12378-PeCDF	101
23478-PeCDF	91
123478-HxCDF	106
123678-HxCDF	97
123789-HxCDF	83
234678-HxCDF	92
1234678-HpCDF	104
1234789-HpCDF	107
OCDF	100

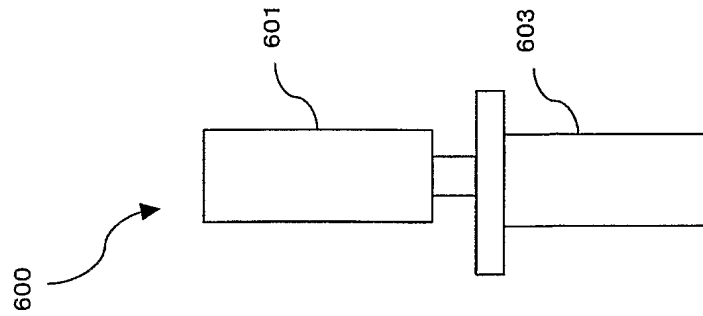
【図 11】



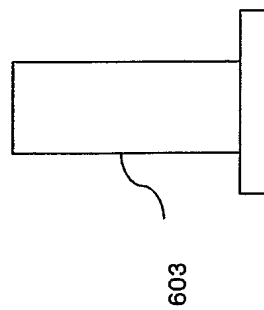
【図 12】



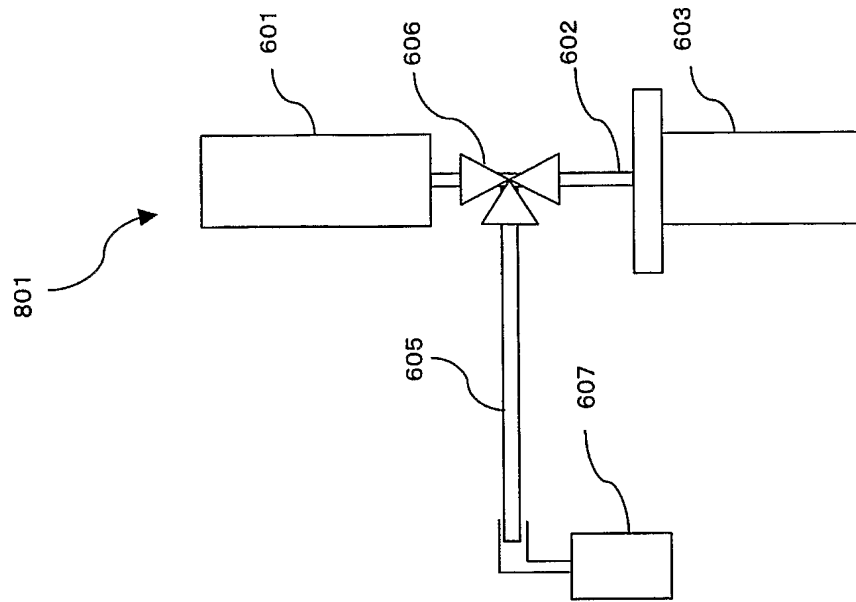
【図 13】



【図 14】



【図 15】



【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 本発明は、弁の洗浄を必要とせず、ダイオキシン等の被測定物の回収率の高い被測定物回収機構を提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明の被測定物回収機構は、被測定物が弁に付着しないように、被測定物が溶解した試料液が含浸された試料保持材が載置されるリザーバと、被測定物を吸着させる吸着カラムと、被測定物を回収する回収容器とのそれぞれの間に弁が設けられておらず、それぞれが連通されている。被測定物は、試料保持剤に含浸され、溶剤の送液によって吸着カラムに吸着し、溶離液の送液によって吸着カラムから回収容器に回収されるため、回収されるまで、弁等を通過することがない。

【選択図】 図 1

【書類名】 手続補正書
【整理番号】 P20030239
【提出日】 平成16年 1月 9日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2003-427465
【補正をする者】
【識別番号】 000175272
【氏名又は名称】 三浦工業株式会社
【補正をする者】
【識別番号】 000161932
【氏名又は名称】 京都電子工業株式会社
【代理人】
【識別番号】 100083172
【弁理士】
【氏名又は名称】 福井 豊明
【手続補正1】
【補正対象書類名】 特許願
【補正対象項目名】 発明者
【補正方法】 変更
【補正の内容】
【発明者】
【住所又は居所】 愛媛県松山市堀江町 7 番地 三浦工業株式会社内
【氏名】 本田 克久
【発明者】
【住所又は居所】 愛媛県松山市堀江町 7 番地 三浦工業株式会社内
【氏名】 ▲はま▼田 典明
【発明者】
【住所又は居所】 京都市南区吉祥院新田二ノ段町 6 8 京都電子工業株式会社内
【氏名】 岸野 淳
【発明者】
【住所又は居所】 京都市南区吉祥院新田二ノ段町 6 8 京都電子工業株式会社内
【氏名】 澤田石 一之
【その他】 上記二人目の発明者の 1 字目の「はま」という漢字を本来電子出願では登録できない異体字であるにもかかわらず、「濱」と表記してしまったため、補正書を提出いたします。

特願 2 0 0 3 - 4 2 7 4 6 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 7 5 2 7 2]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 5 日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛媛県松山市堀江町 7 番地
氏 名	三浦工業株式会社

特願 2 0 0 3 - 4 2 7 4 6 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 6 1 9 3 2]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 4 日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市南区吉祥院新田二ノ段町 6 8
氏 名 京都電子工業株式会社